

09/824,251

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

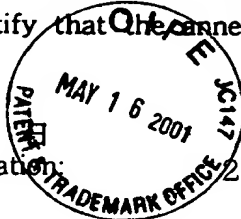
Date of Application: 2000年 4月 3日

出 願 番 号

Application Number: 特願2000-100888

出 願 人

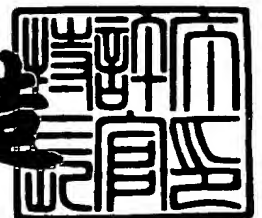
Applicant (s): 東洋紡績株式会社



2001年 4月 6日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3027824

【書類名】 特許願

【整理番号】 00-121

【提出日】 平成12年 4月 3日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 C08J 9/00

【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社
総合研究所内

【氏名】 西 睦夫

【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社
総合研究所内

【氏名】 伊藤 勝也

【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社
総合研究所内

【氏名】 山田 浩二

【特許出願人】

【識別番号】 000003160

【氏名又は名称】 東洋紡績株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102211

【弁理士】

【氏名又は名称】 森 治

【選任した代理人】

【識別番号】 100056800

【弁理士】

【氏名又は名称】 林 清明

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 028727

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9503780

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 空洞含有ポリエステル系フィルム

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 主としてポリエステル系樹脂からなり、その内部に空洞を含有するポリエステル系フィルムであって、その空洞積層数密度が 0.20 個/ μm 以上であることを特徴とする空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 2】 波長 450 nm の電磁波に対する分光反射率が 98% 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 3】 ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂を含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 4】 ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂がポリスチレン系樹脂であることを特徴とする請求項 3 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 5】 ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂がポリスチレン系樹脂及びポリオレフィン系樹脂であることを特徴とする請求項 3 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 6】 ポリオレフィン系樹脂の少なくとも一部がポリメチルペンテン樹脂であることを特徴とする請求項 5 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 7】 ポリスチレン系樹脂の溶融粘度 η_S とポリオレフィン系樹脂の溶融粘度 η_0 が以下の関係式 (1) を満足することを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

$$\eta_0 / \eta_S \leq 0.80 \quad \dots (1)$$

【請求項 8】 見かけ密度が $0.70 \sim 1.25\text{ g/cm}^3$ であることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6 又は 7 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム。

【請求項 9】 白色顔料粒子の含有量が 5% 以下であることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 又は 8 記載の空洞含有ポリエステル系フィルム

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、空洞含有ポリエステル系フィルム、特に可視光線に対する高い反射能を有し、各種反射板に用いるのに好適な空洞含有ポリエステル系フィルムに関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年、コンピュータやワードプロセッサ、携帯電話などの情報処理装置の高性能化・小型軽量化が進むにつれ、これまでに多用されてきたブラウン管・LEDパネルに取り代わる表示装置として液晶ディスプレイの普及が進行している。これらの情報処理装置においては、小型化携帯性向上のために各部の構成部品一つ一つについて軽量化の要求があり、液晶ディスプレイについても同様により小型軽量化を実現するための検討が続けられている。この流れの中で、ポリエステル系フィルムは液晶パネルのバックライトに反射板・拡散板として用いられ、ガラスや金属など他の材料にない軽量で丈夫でかつ高い加工適性を持つ材料として、注目されている。

【 0 0 0 3 】

液晶バックライトにおける反射板の役割は、ディスプレイの輝度を向上させるものであり、導光板を通じて側方より導かれた光を前方に反射することでこの役割を果たしている。このため反射板には可視光線に対する高い反射率が求められるとともに、あらゆる波長において均一な反射光を与えることが求められており、さまざまな技術が検討されてきた。

【 0 0 0 4 】

一般にポリエステル系フィルムを不透明にし、可視光線に対する反射能を与える手段としては、フィルム中に白色顔料を添加・分散させることが行われている。この方法に関しては、ポリエステル系フィルムを印刷・表示材料などに用いる技術として既に多く検討がなされており、炭酸カルシウムや二酸化チタン、硫酸

バリウムといった多種多様にわたる無機・有機系の白色顔料の添加が試みられている。現在、この技術によってある程度の反射率を有するものが既に得られており、実際の液晶パネルの製造に用いられているが、現状ではいくつかの問題点が未解決課題として残されている。

【 0 0 0 5 】

この未解決課題の一つとして、フィルムの密度の問題がある。本来、反射板にポリエステル系フィルムを用いる目的は小型軽量化であり、できるだけ薄くて軽いフィルムにおいて、高い反射能を得ることを期待している。しかし、上記のような白色顔料は多くの場合においてフィルムを形成する樹脂よりも著しく密度の高い物質であり、反射能を上げるためこれを多量に添加することはフィルム自身の密度を上げる結果となる。これはポリエステル系フィルムを反射板に用いることで得られる軽量性を相殺するということであり、重要な改善すべき課題である。また、もう一つの未解決問題として生産性・コストの問題がある。一般にこれらの顔料はフィルムを形成する樹脂に比べて高価であり、これら顔料を添加することでフィルムは高価なものとなる。また、白色顔料を添加したフィルムの生産では、フィルム成形時の破断や顔料による工程汚染などを生じることが多く、一般に生産性が低下する傾向にある。これもまたフィルム価格を上げる要因であり、顔料の添加による方法のもう一つの課題となっている。

【 0 0 0 6 】

これに対して、白色顔料添加によらずにフィルムに反射能を付与する手段として、フィルム中に微細な空洞を含有させる方法が検討されている。

【 0 0 0 7 】

微細空洞をフィルム中に含有させる代表的な方法の一つとして、フィルムのベースを構成するポリエステルに非相溶な熱可塑性樹脂を添加する方法が知られている。この方法に関しても、ポリエステル系フィルムを印刷・表示材料などに用いるための技術として既に多く検討がなされており、これまでにポリスチレンやポリプロピレン、ポリメチルペンテンなどの樹脂を単独で、または組み合わせて用いることが提案（例えば、特開昭49-134755号公報、特公昭54-29550号公報、特開平8-143692号公報など）されている。中でも特開

平 8 - 1 4 3 6 9 2 号公報などでは、フィルムを形成するポリエステル系樹脂中にポリオレフィン系樹脂又はポリスチレン系樹脂を二種類含有させることにより空洞を微分散させ、熱シワや熱カールを防止する方法が報告されており、これによって従来に比べ空洞の分散性が大きく向上している。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記従来 of 空洞含有ポリエステル系フィルムは、反射板材料として用いるには空洞の微分散が不十分であり、可視光線に対する反射能の向上に必要な空洞積層数密度は達成されていないという問題点があった。

【 0 0 0 9 】

本発明は、上記従来 of 空洞含有ポリエステル系フィルムの有する問題点を解決し、軽量で高い強度を有しかつ加工性に優れるポリエステル系フィルムであって、空洞の分散状態が良好で、可視光線に対する反射能が優れており、各種反射板の材料として用いるのに好適な空洞含有ポリエステル系フィルムを提供することを目的とする。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明 of 空洞含有ポリエステル系フィルムは、主としてポリエステル系樹脂からなり、その内部に空洞を含有するポリエステル系フィルムであって、その空洞積層数密度が 0 . 2 0 個 / μ m 以上であることを特徴とする。

【 0 0 1 1 】

ここで、空洞積層数密度とは、フィルムの延伸方向断面の厚み方向 of 空洞の数（積層数）をフィルム厚み（ μ m）で除した値（個 / μ m）を意味する。

【 0 0 1 2 】

上記 of 構成からなる本発明 of 空洞含有ポリエステル系フィルムは、軽量で高い強度を有しかつ加工性に優れるポリエステル系フィルムであって、空洞の分散状態が良好で、可視光線に対する反射能が優れており、各種反射板の材料として用いるのに好適である。

【 0 0 1 3 】

この場合、空洞含有ポリエステル系フィルムは、波長 4 5 0 n m の電磁波に対する分光反射率が 9 8 % 以上であることが好ましい。

【 0 0 1 4 】

また、この場合、空洞含有ポリエステル系フィルムは、ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂を含有することが好ましい。

【 0 0 1 5 】

また、この場合、ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂がポリスチレン系樹脂であることが好ましい。

【 0 0 1 6 】

また、この場合、ポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂がポリスチレン系樹脂及びポリオレフィン系樹脂であることが好ましい。

【 0 0 1 7 】

また、前記ポリオレフィン系樹脂の少なくとも一部がポリメチルペンテン樹脂であることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

また、この場合、空洞含有ポリエステル系フィルムに含有されるポリスチレン系樹脂の溶融粘度 η_S とポリオレフィン系樹脂の溶融粘度 η_0 が以下の関係式 (1) を満足することが好ましい。

$$\eta_0 / \eta_S \leq 0.80 \quad \cdots (1)$$

【 0 0 1 9 】

また、この場合、空洞含有ポリエステル系フィルムは、見かけ密度が 0.70 ~ 1.25 g / c m ³ であることが好ましい。

【 0 0 2 0 】

さらにまた、この場合、空洞含有ポリエステル系フィルムは、白色顔料粒子の含有量が 5 % 以下であることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムの実施の形態について、詳細

に説明する。

【 0 0 2 2 】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、その空洞積層数密度は 0. 2 0 個 / μm 以上である必要があり、0. 2 5 個 / μm 以上であることが好ましく、0. 3 0 個 / μm 以上であることがより好ましい。空洞積層数密度が本発明の要件に満たない場合、本発明の目的である可視光線に対する高い反射能が発現しないため好ましくない。

【 0 0 2 3 】

また、本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、その、波長 4 5 0 n m の電磁波（つまり青色可視光）に対する分光反射率が 9 8 % 以上であることが好ましく、1 0 0 % 以上であることがより好ましく、さらに、1 0 2 % 以上であることが最も好ましい。反射率が 9 8 % に満たない場合、本発明の目的である可視光線に対する高い反射能が発現しないため好ましくない。

【 0 0 2 4 】

また、本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、その見かけ密度が 0. 7 0 ~ 1. 2 5 g / cm^3 であることが好ましく、0. 8 0 ~ 1. 2 0 g / cm^3 であることがより好ましく、0. 8 5 ~ 1. 1 5 g / cm^3 であることがさらに好ましい。見かけ密度が 0. 7 0 g / cm^3 未満ではフィルムの強度が低下する傾向にあり、また、製造中、延伸工程において破断が多発して生産性が低下するという問題もある。また見かけ密度が 1. 2 5 g / cm^3 を超えた場合にはフィルムの空洞含有量が十分でなく、本発明の目的である可視光線に対する反射能が十分に得られなくなるため好ましくない。

【 0 0 2 5 】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムは、ポリエステル系樹脂中にこれと非相溶な熱可塑性樹脂を分散させて延伸することで、フィルム中に空洞を含有している。

【 0 0 2 6 】

ここで用いるポリエステル系樹脂とは、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸のごとき芳香族ジカルボン酸又はそのエステルとエチレングリ

コール、ジエチレングリコール、1, 3-プロパンジオール、1, 4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコールのごときグリコールとを重縮合させて製造されるポリエステルである。これらのポリエステルは芳香族ジカルボン酸とグリコールとを直接反応させる方法のほか、芳香族ジカルボン酸のアルキルエステルとグリコールとをエステル交換反応させた後重縮合させるか、あるいは芳香族ジカルボン酸のジグリコールエステルを重縮合させるなどの方法によって製造することができる。かかるポリエステルの代表例としてはポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリエチレンブチレンテレフタレートあるいはポリエチレン-2, 6-ナフタレートなどが挙げられる。このポリエステルはホモポリマーであってもよく、第三成分を共重合したものであってもよい。いずれにしても本発明においては、エチレンテレフタレート単位、プロピレンテレフタレート単位、ブチレンテレフタレート単位あるいはエチレン-2, 6-ナフタレート単位が70モル%以上、好ましくは80モル%以上、さらに好ましくは90モル%以上有するポリエステルを用いることが好ましい。

【 0 0 2 7 】

また、ここで用いるポリエステル系樹脂に非相溶な熱可塑性樹脂としては、特に限定されるものでなく、ホモポリマーであっても共重合成分を有するポリマーであってもよいが、ポリスチレン系樹脂又はポリスチレン系樹脂に加えてポリオレフィン系樹脂を混合して用いることが好ましい。用いるポリスチレン系樹脂は必ずしもホモポリマーに限定されるものではなく、種々の成分を共重合した共重合ポリマーであってもよいが、共重合ポリマーを用いる場合、共重合成分が本発明の効果を妨げないことが必要である。用いるポリオレフィン系樹脂においては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン、ポリメチルペンテンなどが挙げられるが、高温下でも軟化しにくく、優れた空洞発現性を呈することからポリメチルペンテン樹脂が好ましい。ポリオレフィン系樹脂の主成分としてポリメチルペンテン樹脂を用いる場合には、必ずしも単独で用いる必要はなく、他のポリオレフィン系樹脂を副成分として添加してもよい。副成分として用いる樹脂の例としては、ポリエチレン、ポリプロピレンやこれらに種々の成分を共重合させたものが挙げられるが、特に限定されるものではない。副成分として添加するポリオ

レフィン系樹脂の粘度は特に限定されるものではないが、添加量は主成分として添加する樹脂の添加量を超えないことが必要である。

【 0 0 2 8 】

またここで熱可塑性樹脂として、ポリオレフィン系樹脂とポリスチレン系樹脂を併用する場合、ポリオレフィン系樹脂の溶融粘度 η_0 (p o i s e) とポリスチレン系樹脂の溶融粘度 η_S (p o i s e) の比 (η_0/η_S) が 0. 8 0 以下であることが好ましく、0. 6 0 以下であることがより好ましく、0. 5 0 以下であることが最も好ましい。上の溶融粘度比が、0. 8 0 を越えると、分散粒子中のポリスチレン系樹脂相の分布が不均一になり、分散粒子の相構造が不安定になる。そのため、分散粒子の分散状態を悪化させ、本発明に規定する空洞の積層数密度を満足させることが困難になるため好ましくない。

【 0 0 2 9 】

また本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、白色顔料粒子の含有量が 5 重量%以下であることが好ましく、2 重量%以下であることがより好ましく、1 重量%以下であることが最も好ましい。ここでいう白色顔料とは二酸化チタン、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、硫化亜鉛の微細粉末である。ここに規定する量を超えて白色顔料粒子を添加した場合には、空洞による光の反射を顔料粒子が遮り、反射率が著しく低下するため好ましくない。また原料コストの上昇や延伸工程における破断の発生などを招くことから好ましくない。

【 0 0 3 0 】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、その層の厚みは特に限定するものではないが、2 0 ~ 5 0 0 μ m であるのが好ましく、用途にもよるが 4 0 ~ 2 5 0 μ m であることがより好ましい。

【 0 0 3 1 】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、フィルムの滑り性の改善やその他の目的のため、そのいずれか片面又は両面にポリエステル系樹脂からなる層又はポリエステル系樹脂に対する接着性を有する樹脂の層を共押出しにより積層していてもよい。また、積層する樹脂中には本発明のフィルムと同種又は異種の空洞発現剤を含有していてもよい。ただし、空洞を含有しない層を積層し

た場合に、フィルム全厚みに対するこの層の厚み比率を著しく増加させると、当然反射能が低下するため好ましくない。

【 0 0 3 2 】

また、本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、そのいずれか一方又は両方の表面に塗布層を有していてもよい。ここで塗布層を設けることにより、接着性や帯電防止性を改善することができる。塗布層を構成する化合物としては、ポリエステル系樹脂が好ましいが、この他にも、ポリウレタン樹脂、ポリエステルウレタン樹脂、アクリル系樹脂など、通常のポリエステルフィルムの接着性・帯電防止性を向上させる手段として開示されている化合物などが適用可能である。

【 0 0 3 3 】

塗布層を設ける方法としては、グラビアコート方式、キスコート方式、ディップ方式、スプレイコート方式、カーテンコート方式、エアナイフコート方式、ブレードコート方式、リバースロールコート方式など通常用いられている方法が適用できる。塗布する段階としては、フィルムの延伸前に塗布する方法、縦延伸後に塗布する方法、配向処理の終了したフィルム表面に塗布する方法などのいずれの方法も可能である。

【 0 0 3 4 】

また、本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムにおいては、そのいずれか一方又は両方の表面に金属薄層を有していてもよい。ここで金属薄層を設けることにより、反射率をさらに改善することができる。金属薄層を設ける手段としては、蒸着やスパッタリングコートなど通常用いられる方法が適用可能である。

【 0 0 3 5 】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムの製造方法は任意であり、特に制限されるものではないが、例えば前述の組成からなる混合物を溶融させフィルム状に押出し成形して未延伸フィルムとした後、この未延伸フィルムを延伸するという一般的な方法を用いることができる。

【 0 0 3 6 】

本発明においては、原料を溶融して押出し成形する過程でポリエステル系樹脂

中にこれと非相溶な熱可塑性樹脂を分散させている。本発明ではポリエステル系樹脂及びこれに混合させる樹脂はペレット形状で供給されているものを用いたが、これに限定されるものではない。フィルム状に溶融成形するため押出機に投入する原料は、目的の組成に応じてこれらの樹脂をペレット混合して準備した。しかし、本発明で用いるポリエステル系樹脂とポリオレフィン系樹脂は一般に比重が大きく異なっており、一度混合したペレットが押出機に供給される過程で再分離しない工夫を加えることが好ましい。このための方策の好ましい例としては、事前に原料樹脂の一部又は全部を組み合わせさせて混練りペレタイズし、マスターバッチペレットとして準備する方法が挙げられる。本発明ではこの方法を用いたが、本発明の効果を妨げない限り特に限定されるものではない。

【 0 0 3 7 】

また、これらの非相溶な熱可塑性樹脂の混合系の押出しにおいては、溶融状態で混合して微分散させた後も、樹脂の界面エネルギーを減少させようという働きから再凝集する性質がある。これは未延伸フィルムを押出成形する際に空洞発現剤を粗分散化させ、求める物性発現の妨げとなる現象である。これを防ぐため、本発明のフィルムを成形する際にはより混練り効果の高い二軸押出機を用いて、空洞発現剤をあらかじめ微分散させておくことが好ましい。また、これが困難な場合には補助的な手段として、押出機から吐出される樹脂を静的混合器に通すことで空洞発現剤を微分散させてから、フィードブロック又はダイスに供給することも好ましい。ここで用いる静的混合器としては、スタティックミキサーやオリフィスなどを用いることができる。ただし、これらの方法をとった場合にはメルトライン中に熱劣化した樹脂を滞留させることもあり、注意が必要である。なお、溶融状態の非相溶樹脂の再凝集は低剪断状態で時間と共に進行すると考えられるので、押出機からダイスに至るメルトライン中にとどまる時間を減少させることが根本的な解決となる。本発明において、この時間は30分以下であることが好ましく、15分以下であることがより好ましい。

【 0 0 3 8 】

上述のようにして得た未延伸フィルムを延伸・配向処理する条件は、フィルムの物性と密接に関係する。以下では、最も好んで用いられる逐次二軸延伸方法、

特に未延伸フィルムを長手方向次いで幅方向に延伸する方法を例にとり、延伸・配向条件を説明する。縦延伸工程では、周速が異なる 2 本あるいは多数本のロール間で延伸する。このときの加熱手段としては、加熱ロールを用いる方法でも非接触の加熱方法を用いる方法でもよく、それらを併用してもよい。次いで一軸延伸フィルムをテンターに導入し、幅方向に T_g 以上 $T_m - 10^\circ\text{C}$ 以下の温度で 2.5 ～ 5 倍に延伸する（ただし、 T_g はポリエステルのガラス転移点、 T_m はポリエステルの融点）。

【 0 0 3 9 】

また上記の二軸延伸フィルムに対し、必要に応じて熱処理を施す。熱処理はテンター中で行うのが好ましく、 $T_m - 60^\circ\text{C} \sim T_m$ の範囲で行うのが好ましい。

【 0 0 4 0 】

このようにして得られた空洞含有ポリエステル系フィルムは、ポリエステル樹脂中に分散された微細空洞が可視光線に対する高い反射能を発揮し、各種反射板の材料として用いるに好適なものである。

【 0 0 4 1 】

【実施例】

次に本発明の実施例及び比較例を示す。まず、本発明に用いる測定及び評価方法を以下に示す。

【 0 0 4 2 】

(1) 空洞積層数密度

フィルムの延伸方向断面の厚み方向の空洞の数（積層数）をフィルム厚み（ μm ）で除した値を空洞積層数密度（個／ μm ）とした。測定は、走査型電子顕微鏡を用い、サンプルの異なる部位の 5 箇所においてフィルムの縦延伸方向と平行かつフィルム面に垂直な割断面を観察することにより行った。300 ～ 3000 倍の適切な倍率で検鏡し、フィルム全厚みの中における空洞の分散状態が確認できる写真を撮影した。写真画像上の任意の場所でフィルム表面に垂直方向に直線を引き、この直線に交わる空洞の数（積層数）を計数した。また、この直線に沿ってフィルムの全厚み（ μm ）を測定し、空洞の積層数をフィルムの全厚みで除して空洞積層数密度（個／ μm ）を求めた。なお、計測は写真 1 枚につき 5 箇所

で行い、総計25箇所の平均値を求めてサンプルの空洞積層数密度とした。

【0043】

(2) 空洞数

上記(1)で撮影した電子顕微鏡写真について、フィルム断面に観察される空洞の数を計数した値。これを観察部の面積で除して規格化した後、2500倍して50 μ m四方に含まれる空洞数に換算した。なお、測定はサンプルの異なる部位5箇所の写真を用い、写真1枚につき5箇所で行い、総計25箇所の平均値を求めてサンプルの空洞数とした。

【0044】

(3) 分光反射率

分光光度計(日立SpectrophotometerU-3500型)に積分球を装着し、波長450nmの光に対する分光反射率(%)を測定した値。標準反射板としてアルミナ白板(日立計測機器サービス社製/品番210-0740)を用い、この反射率を100%としてサンプルの分光反射率を測定した。サンプルのフィルムを1~5枚まで重ねて測定し、厚みと反射率の関係を求めた。これより厚さ188 μ mにおける反射率を内挿により求めてサンプルの反射率とした。この値が高いほど可視光線に対する反射能が高いと評価した。

【0045】

(4) 溶融粘度(η_0 、 η_S)

285℃における溶融粘度をフローテスター(島津製作所社製/CFT-500)を用いて測定した。剪断速度100sec⁻¹での溶融粘度の測定は、剪断速度を100sec⁻¹に固定して行うことが困難であるため、適当な荷重を用いて、100sec⁻¹未満の任意の剪断速度及び当該速度よりも大きい任意の剪断速度で溶融粘度を測定し、縦軸に溶融粘度、横軸に剪断速度をとりグラフにプロットした。前記の2点を直線で結び、内挿により剪断速度100sec⁻¹での溶融粘度(η :poise)を求めた。

【0046】

(5) フィルム厚みと見かけ密度

フィルムを5.00cm四方の正方形に4枚切り出して試料とした。これを4

枚重ねにしてその厚みを 10 点においてマイクロメーターを用いて有効数字 4 桁で測定し、重ね厚みの平均値を求めた。この平均値を 4 で除して有効数字 3 桁に丸め、1 枚あたりの平均のフィルム厚み ($t: \mu m$) とした。また同試料 4 枚の重量 ($w: g$) を有効数字 4 桁で自動上皿天秤を用いて測定し、次式より見かけ密度を求めた。なお見かけ密度は有効数字 3 桁に丸めた。

$$\text{見かけ密度 (g/cm}^3\text{)} = w \times 10^4 / (5.00 \times 5.00 \times t \times 4)$$

【0047】

(6) ポリエステル樹脂の固有粘度

フェノール 60 重量%とテトラクロロエタン 40 重量%の混合溶媒にポリエステルを溶解し、30℃にて測定した。

【0048】

次に、本発明の実施例を順次説明し、フィルムの製造方法に関する主な条件を表 1 に、得られたフィルムの評価結果を表 2 に示す。

【0049】

(実施例 1)

(マスターペレットの調整)

熔融粘度 (η_0) が 1300 poise のポリメチルペンテン樹脂 (三井化学社製/DX820) 60 重量%、熔融粘度 (η_s) が 3900 poise のポリスチレン樹脂 (日本ポリスチレン社製/G797N) 20 重量%及び熔融粘度が 2000 poise のポリプロピレン樹脂 (グランドポリマー社製/J104WC) 20 重量%をペレット混合したものを 285℃に温調したベント式二軸押出機に供給し、予備混練りした。この熔融樹脂を連続的にベント式単軸混練機に供給、混練りして押出し、得られたストランドを冷却、切断して空洞発現剤マスターペレット (MA) を調整した。

【0050】

(フィルム原料の調整)

140℃で 8 時間の真空乾燥を施した固有粘度 0.62 dL/g のポリエチレンテレフタレート樹脂 (以下、乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂) 91.0 重量%と 90℃で 4 時間の真空乾燥を施した上記マスターペレット (MA) 9.

0 重量%をペレット混合してフィルム原料 (I) とした。

【 0 0 5 1 】

(未延伸フィルムの作製)

前記のフィルム原料 (I) を 2 8 5 °C に温調した二軸押出機に供給して混練りした。2 5 °C に調温した冷却ロール上に T ダイより押出し、厚み 4 8 0 μ m の未延伸フィルムを作製した。このとき溶融樹脂がメルトラインに滞留する時間はおよそ 3 分、T ダイより受ける剪断の速度は約 1 0 0 s e c⁻¹であった。

【 0 0 5 2 】

(二軸延伸フィルムの作製)

得られた未延伸フィルムを、加熱ロールを用いて 6 5 °C に均一加熱し、周速が異なる二対のニップロール間で 3 . 4 倍に縦延伸した。このとき、フィルムの補助加熱装置として、ニップロール中間部に金反射膜を備えた赤外線加熱ヒータ (定格出力 2 0 W / c m) をフィルムの両面に対向してフィルム面から 2 c m の位置に設置し加熱した。このようにして得られた一軸延伸フィルムをテンターに導き、1 5 0 °C に加熱して 3 . 7 倍に横延伸し、幅固定して 2 2 0 °C で 5 秒間の熱処理を施し、さらに 2 0 0 °C で幅方向に 4 % 緩和させることにより、厚さ約 4 7 μ m の空洞含有ポリエステル系フィルムを得た。

【 0 0 5 3 】

(実施例 2)

乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂 8 6 . 0 重量%と 9 0 °C で 4 時間の真空乾燥を施した上記マスターペレット (MA) 1 4 . 0 重量%をペレット混合してフィルム原料 (I) とした。このフィルム原料 (I) を 2 8 5 °C に温調した二軸押出機に供給して混練りした。2 5 °C に調温した冷却ロール上に T ダイより押出し、厚み 6 2 0 μ m の未延伸フィルムを作製した。この他の条件は実施例 1 と同様にして、厚み約 7 4 μ m の空洞含有ポリエステル系フィルムを得た。

【 0 0 5 4 】

(実施例 3)

実施例 1 で用いたフィルム原料 (I) を 2 8 5 °C に温調した単軸押出機に、乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂を単独で 2 9 0 °C に温調した二軸押出機にそ

れぞれ別に供給した。単軸押出機より吐出される溶融樹脂はオリフィスを介して、二軸押出機より吐出される樹脂はスタティックミキサーを介してフィードブックに導き、フィルム原料 (I) からなる層 (B層) とポリエチレンテレフタレート樹脂からなる層 (A層) を A層/B層/A層の順に積層した。これを 25℃ に温調した冷却ロール上に Tダイより共押出した。各押出機の吐出量を各層の厚み比が 1 対 8 対 1 になるよう調整し、厚み 580 μm の未延伸フィルムを作製した。このとき原料 I の溶融樹脂がメルトラインに滞留する時間はおよそ 12 分、Tダイより受ける切断速度は約 150 sec^{-1} であった。その他の条件は実施例 1 と同様にして、厚み約 58 μm の空洞含有ポリエステル系フィルムを得た。

【0055】

(比較例 1)

溶融粘度 (η_0) が 2000 poise のポリプロピレン樹脂 (グラントポリマー社製/J104WC) を 285℃ に温調したベント式二軸押出機に供給し、予備混練りした。この溶融樹脂を連続的にベント式単軸混練機に供給、混練りして押出し、得られたストランドを冷却、切断して空洞発現剤マスターペレット (MC) を調整した。また、乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂 50 重量%と平均粒径 0.3 μm のアナターゼ型二酸化チタン粒子 50 重量%を混合したものをマスターペレット (MC) と同様に予備混練りし、押出し・切断して白色顔料マスターペレット (MB) を調整した。次に、乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂 87 重量%と 140℃ で 8 時間の真空乾燥を施した上記マスターペレット (MB) 4 重量%、90℃ で 4 時間の真空乾燥を施した上記マスターペレット (MC) 9 重量%をペレット混合してフィルム原料 (I) とした。また、乾燥ポリエチレンテレフタレート樹脂 70 重量%とマスターペレット (MB) 30 重量%をペレット混合してフィルム原料 (II) とした。

【0056】

このフィルム原料 (I) を 285℃ に温調した単軸押出機に、フィルム原料 (I) を 290℃ に温調した二軸押出機にそれぞれ別に供給した。溶融したそれぞれ原料をフィードブックに導き、フィルム原料 (I) からなる層 (B層) とフィルム原料 (II) からなる層 (A層) を A層/B層/A層の順に積層した。この他

の条件は実施例 3 と同様にして、厚み 6 0 0 μm の未延伸フィルムを作製して延伸し、厚み約 5 3 μm の空洞含有ポリエステル系フィルムを得た。

【0 0 5 7】

(比較例 2)

比較例 1 において、用いる白色顔料粒子を平均粒径 0. 7 μm の炭酸カルシウム粒子に変更して白色顔料含有マスターペレット (MB) と同様に白色顔料含有マスターペレット (MD) を調整した。この他の条件は比較例 1 と同様にして、厚み 6 5 0 μm の未延伸フィルムを作製して延伸し、厚み約 5 5 μm の空洞含有ポリエステル系フィルムを得た。

【0 0 5 8】

上記の実施例及び比較例より以下のように考察することができる。実施例 1 ないし 3 では、最適化した空洞発現剤樹脂の効果と二軸押出機の効果、静的混合器の効果により、フィルムの空洞積層数密度が 0. 2 6 ~ 0. 3 7 個 / μm と本発明で規定する要件を満たす、高い反射能を有する空洞含有ポリエステル系フィルムが得られた。これに対し、比較例 1 及び 2 では本発明で規定する空洞積層密度の要件を満たさず、可視光線に対する十分な反射能を持つ、各種反射板の材料として用いるに好適な空洞含有ポリエステル系フィルムは得られなかった。

【0 0 5 9】

【表 1】

	η_o poise	η_s poise	η_o / η_s	含有粒子	層構成	押出機		静的 混合器
						原料 (I)	原料 (II)	
実施例 1	1 3 0 0	3 9 0 0	0. 3 3	なし	単層	二軸	—	なし
実施例 2	1 3 0 0	3 9 0 0	0. 3 3	なし	単層	二軸	—	なし
実施例 3	1 3 0 0	3 9 0 0	0. 3 3	なし	三層	単軸	二軸	あり
比較例 1	2 0 0 0	—	—	TiO ₂	三層	単軸	二軸	なし
比較例 2	2 0 0 0	—	—	CaCO ₃	三層	単軸	二軸	なし

【0 0 6 0】

【表 2】

	厚み (μm)	見かけ密度 (g/cm^3)	積層数 (個/枚)	空洞積層数密度 (個/ μm)	空洞数 (個)	分光反射率 (%)	総合評価
実施例 1	46.8	1.05	16	0.34	67	103	◎
実施例 2	73.8	0.89	27	0.37	76	104	◎
実施例 3	57.6	1.10	15	0.26	51	101	○
比較例 1	53.4	1.26	9	0.17	34	74	×
比較例 2	55.4	1.28	9	0.16	31	72	×

【0061】

【発明の効果】

本発明の空洞含有ポリエステル系フィルムによれば、軽量で高い強度を有し、かつ、加工性に優れるポリエステル系フィルムであって、空洞の分散状態が良好で、可視光線に対する反射能が優れており、各種反射板として用いるのに好適である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 軽量で高い強度を有しかつ加工性に優れるポリエステル系フィルムであって、空洞の分散状態が良好で、可視光線に対する反射能が優れており、各種反射板の材料として用いるのに好適な空洞含有ポリエステル系フィルムを提供すること。

【解決手段】 主としてポリエステル系樹脂からなり、その内部に空洞を含有するポリエステル系フィルムであって、その空洞積層数密度が0.20個/ μm 以上であることを特徴とする。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003160]

1. 変更年月日 1990年 8月10日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号
氏 名 東洋紡績株式会社